

PAT-NO: JP406279232A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 06279232 A
TITLE: EYE MAKEUP COSMETIC
PUBN-DATE: October 4, 1994

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

IIDA, SHUICHI
SUZUKI, KAZUHIRO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

NISSHIN CHEM IND CO LTD
KOSE CORP

COUNTRY

N/A

N/A

APPL-NO: JP05093874

APPL-DATE: March 30, 1993

INT-CL (IPC): A61K007/00, A61K007/032

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide an eye makeup cosmetic high in the retainability of a cosmetic effect (cosmetic retainability) and excellent in stability with the lapse of time.

CONSTITUTION: An eye makeup cosmetic contains 6-60wt.% of a graft copolymer produced by graft-copolymerizing a (meth)acrylic monomer with an organopolysiloxane compound and 0.1-2.5wt.% of an alkali-thickening methacrylic polymer emulsion. Examples of the graft copolymer include a copolymer produced from (A) an oil-in-water type emulsion containing 5-95 pts. wt. of an organopolysiloxane of formula I [R<SP>1</SP>-R<SP>3</SP> are 1 -20C monovalent(halogenated) hydrocarbon group; Y is radically reactive group,

SH-containing organic group; X is H, lower alkyl,
R<SP>1</SP>R<SP>2</SP>R<SP>4</SP>Si (R<SP>4</SP> is R<SP>1</SP>, Y);
m is
≤1; n is ≥1] and (B) 95-5 pts. wt. of mixed monomers
comprising
B<SB>1</SB>: 70-100wt.% of a compound of formula II (R<SP>5</SP> is H,
methyl:
R<SP>6</SP> is 1-18C alkyl, alkoxy-substituted alkyl), B<SB>2</SB>: 0-
10wt.% of
a multi-functional monomer such as an ethylenically unsaturated amide
or allyl
acrylate, and B<SB>3</SB>: 0-20wt.% of an ethylenically unsaturated
monomer
excluding B<SB>1</SB> and B<SB>2</SB>.

COPYRIGHT: (C) 1994, JPO

DERWENT-ACC-NO: 1994-354595

DERWENT-WEEK: 199444

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Eye make up material - comprises graft
copolymer obtd by co-polymerising acrylic! or methacrylic!
monomer and organo-polysiloxane cpd

PATENT-ASSIGNEE: KOSE KK[KOSEN] , NISSHIN CHEM IND CO LTD[NISV]

PRIORITY-DATA: 1993JP-0093874 (March 30, 1993)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
PAGES MAIN-IPC		
JP 06279232 A	October 4, 1994	N/A
009 A61K 007/00		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
JP 06279232A	N/A	1993JP-0093874
March 30, 1993		

INT-CL (IPC): A61K007/032

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 06279232A

BASIC-ABSTRACT:

6-60 wt. % of graft copolymer obtd. by copolymerising acrylic or
methacrylic
monomer and organopolysiloxane cpd. and 0.1-2.5 wt. % of alkali
thickening type
polymethacrylic polymer emulsion are contained.

ADVANTAGE - Make up effect lasts long time. It also has excellent
stability.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: EYE UP MATERIAL COMPRISE GRAFT COPOLYMER OBTAIN CO
POLYMERISE
POLYACRYLIC POLYMETHACRYLIC MONOMER ORGANO POLYSILOXANE

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-279232

(43)公開日 平成6年(1994)10月4日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
A 6 1 K 7/00	J	9051-4C		
7/032		9051-4C		

審査請求 未請求 請求項の数2 FD (全9頁)

(21)出願番号 特願平5-93874

(22)出願日 平成5年(1993)3月30日

(71)出願人 000226666

日信化学工業株式会社

福井県武生市北府2丁目17番33号

(71)出願人 000145862

株式会社コーセー

東京都中央区日本橋3丁目6番2号

(72)発明者 飯田 秀一

福井県武生市北府2丁目17番33号 日信化学工業株式会社内

(72)発明者 鈴木 一弘

東京都北区栄町48-18 株式会社コーセー研究所内

(74)代理人 弁理士 小野 信夫 (外1名)

(54)【発明の名称】 アイメイクアップ化粧料

(57)【要約】

【構成】 次の成分(A)および(B)、

(A) アクリル、メタクリル系単量体をオルガノポリシロキサン化合物と
重合して得られるグラフト共重合体 6~60重量%

(B) アルカリ増粘型ポリメタクリル酸系ポリマーエマルジョン
0.1~2.5重量%

を含有するアイメイクアップ化粧料。

【効果】 本発明のアイメイクアップ化粧料は、表面タック(べたつき)やひび割れ等がなく、しかも配合された顔料の分散状態が経時的に悪化することもないもので

あった。従って、化粧効果の持続性(化粧もち)が高く、経時安定性の優れたアイメイクアップ化粧料として、アイライナー、マスカラ等に利用できるものである。

1

2

【特許請求の範囲】

* * 【請求項1】 次の成分 (A) および (B)、

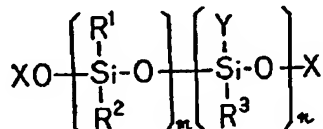
(A) アクリル、メタクリル系単量体をオルガノポリシロキサン化合物と
重合して得られるグラフト共重合体 6~60重量%(B) アルカリ増粘型ポリメタクリル酸系ポリマーエマルジョン
0.1~2.5重量%

を含有することを特徴とするアイメイクアップ化粧料。

【請求項2】 成分 (A) のグラフト共重合体が、次の成分 (a) および (b)、

(a) 一般式 (I)

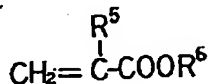
【化1】



〔式中、R¹、R²、R³はそれぞれ炭素数1~20の1価の炭化水素基及び1価のハロゲン化炭化水素基から選択される1種又は2種以上の基であり、Yはラジカル反応性基及びSH基を含む有機基から選択される1種又は2種以上の基であり、Xは水素原子、1価の低級アルキル基及び式R¹R²R⁴Siで示される基 (R¹、R²は前記と同じであり、R⁴はR¹又はYと同一の基である) から選択される同種又は異種の基であり、mは10、000以下の正の整数、nは1以上の整数である〕で表わされるオルガノポリシロキサン5~95重量部の水中油型エマルジョン

(b) (イ) 一般式 (II)

【化2】



〔式中、R⁵は水素原子又はメチル基、R⁶は炭素数1~18のアルキル基又はアルコキシ置換アルキル基である〕で表わされるアクリル及びメタクリル系単量体から選択される1種又は2種以上の単量体 70~100重量%

(ロ) エチレン性不飽和アミド、エチレン性不飽和アミドのアルキロール又はアルコキシアルキル置換化合物、オキシラン基含有エチレン性不飽和単量体、ヒドロキシル基含有エチレン性不飽和単量体、多価アルコールとアクリル酸又はメタクリル酸との完全エステル、二塩基酸のジアルキルエステル、アリルアクリレート、アリルメタクリレート及びジビニルベンゼンの群から選択される1種又は2種以上の多官能性単量体 0~10重量%

(ハ) 上記 (イ) 及び (ロ) 以外の1種又は2種以上のエチレン性不飽和単量体 0~20重量%からなる混合単量体〔(イ)~(ハ)の合計100重量%〕95~5重量部

をラジカル重合開始剤の存在下で重合させて得たグラフト共重合体

※ト共重合体である請求項第1項記載のアイメイクアップ化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

10 【産業上の利用分野】本発明は、ポリマーエマルジョンを配合したアイメイクアップ化粧料に関し、更に詳細には、化粧効果の持続性 (化粧もち) が高く、しかも経時安定性に優れたアイライナー、マスカラ等のアイメイクアップ化粧料に関する。

【0002】

20 【従来の技術】アイメイクアップ化粧料は、その形態から乳化系、ポリマーエマルジョン系、非水系に大きく分類される。ポリマーエマルジョン系は、エマルジョンとされたアクリル樹脂、酢酸ビニル樹脂等のポリマー (ポリマーエマルジョン) を配合した化粧料であり、溶媒揮散後、皮膜を形成するものである。これは乳化系と組み合わせて、製品化され、近年の主流となっている。

30 【0003】このポリマーエマルジョン系化粧料は、皮膜を形成するため、一般に、耐水、耐油性は向上しているが、表面タック (べたつき) やひび割れ等が生じることがあり、十分な化粧もちは得られていなかった。

40 【0004】そして、表面タックとひび割れの改善は、全く相反する性質を同時に化粧料に求めることになり、その解決は極めて困難であった。すなわち、表面タックキングを解消しようとする、樹脂を硬くしなければならず、その結果、付着性の減少、ひび割れが発生するという関係があった。従って、ポリマーエマルジョン系のアイメイクアップ化粧料において、表面タックのない皮膜を得ることが望まれていた。

50 【0005】最近、ポリマーエマルジョン系化粧料における化粧もちを向上させる手段として、アクリル、メタクリル系単量体をオルガノポリシロキサン化合物と重合して得られるグラフト共重合体を皮膜形成成分として配合する方法が報告されており (特開平4-18009号)、有利に利用されている。

60 【0006】しかしながら、アイメイクアップ化粧料においては、このグラフト共重合体を単に配合するだけでは十分に満足行く化粧料は得られなかった。すなわち、アイメイクアップ化粧料には多量の顔料を配合することが多く、その場合、上記共重合体を化粧料中に配合したときに、含まれる顔料の分散状態が経時的に悪化する等の問題があった。

【0007】

70 【発明が解決しようとする課題】従って、十分な化粧もちと顔料を安定に保持できるアイメイクアップ化粧料の

開発が求められていた。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者は上記実情に鑑み種々検討を重ねた結果、上記グラフト共重合体と共にアルカリ増粘型ポリメタクリル酸系ポリマーエマルシヨ*

(A) アクリル、メタクリル系単量体をオルガノポリシロキサン化合物と重合して得られるグラフト共重合体 6~60重量%

(B) アルカリ増粘型ポリメタクリル酸系ポリマーエマルシヨ

0.1~2.5重量%

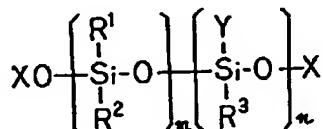
を含有することを特徴とするアイメークアップ化粧料を提供するものである。

【0010】本発明の(A)成分であるアクリル、メタクリル系単量体をオルガノポリシロキサン化合物と重合して得られるグラフト共重合体の例としては、特開平4-18009号に開示のグラフト共重合体を挙げる事ができる。

【0011】このグラフト共重合体は、次の成分(a)および(b)、

(a)一般式(I)

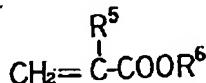
【化3】



〔式中、R¹、R²、R³はそれぞれ炭素数1~20の1価の炭化水素基及び1価のハロゲン化炭化水素基から選択される1種又は2種以上の基であり、Yはラジカル反応性基及びSH基を含む有機基から選択される1種又は2種以上の基であり、Xは水素原子、1価の低級アルキル基及び式R¹R²R⁴Siで示される基(R¹、R²は前記と同じであり、R⁴はR¹又はYと同一の基である)から選択される同種又は異種の基であり、mは10,000以下の正の整数、nは1以上の整数である〕で表わされるオルガノポリシロキサン5~95重量部の水中油型エマルジョン

【0012】(b)(イ)一般式(II)

【化4】



(式中、R⁵は水素原子又はメチル基、R⁶は炭素数1~18のアルキル基又はアルコキシ置換アルキル基である)で表わされるアクリル及びメタクリル系単量体から選択される1種又は2種以上の単量体 70~100重量%

【0013】(ロ)エチレン性不飽和アミド、エチレン性不飽和アミドのアルキロール又はアルコキシアルキル置換化合物、オキシラン基含有エチレン性不飽和単量体、ヒドロキシル基含有エチレン性不飽和単量体、カル※50

*ンを特定割合で配合することにより、経時安定性が良好で、しかも化粧効果に優れたアイメークアップ化粧料が得られることを見出した。

【0009】すなわち本発明は、次の成分(A)および(B)、

10※ボキシル基含有エチレン性不飽和単量体、多価アルコールとアクリル酸又はメタクリル酸との完全エステル、二塩基酸のジアルキルエステル、アリルアクリレート、アリルメタクリレート及びジビニルベンゼンの群から選択される1種又は2種以上の多官能性単量体 0~10重量%

【0014】(ハ)上記(イ)及び(ロ)以外の1種又は2種以上のエチレン性不飽和単量体 0~20重量%からなる混合単量体〔(イ)~(ハ)の合計100重量%〕95~5重量部

20をラジカル重合開始剤の存在下で重合させて得たグラフト共重合体である。

【0015】このグラフト重合体の製造に利用されるオルガノポリシロキサンは、上記式(I)で表されるものであり、ベタツキのない、しなやかでなめらかな皮膚に快い感触を付与し、耐水性等の塗膜物性を向上させるものである。

【0016】一般式(I)において、基R¹、R²、R³中の炭化水素基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等のアルキル基、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基等のアリール基が例示される。ハロゲン化炭化水素基としては、この炭化水素基の炭素原子に結合した水素原子の1部又は全部をハロゲン原子で置換した基が挙げられる。

【0017】また、基Xとしては、水素原子、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基等の炭素数1~5の低級アルキル基及びR¹R²R⁴Siで示されるトリオルガノシリル基(R¹、R²は前記と同じ、R⁴はR¹又はYと同じ)が挙げられ、基Yとしてはビニル基、アリル基、γ-アクリロキシプロピル基、γ-メタクリロキシプロピル基、γ-メルカプトプロピル基で例示されるラジカル反応性基及びSH基含有有機基が挙げられる。更に、mは10,000以下の正の整数であり、nは1以上の整数であるが、さらに好ましくは200<m<8,000、1<n<500の範囲にあるのがよい。

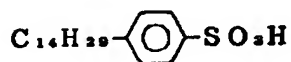
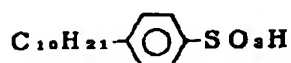
【0018】一般式(I)で示されるオルガノポリシロキサンのエマルジョンの製造は公知の方法に従って行なえばよく、その一つの方法は、原料として例えばオクタメチルシクロテトラシロキサンの如き環状低分子シロキサンとラジカル反応性基またはSH基を含有するジアル

5

コキシシラン及び/またはその加水分解物とを用い、強アルカリ性触媒あるいは強酸性触媒の存在下に重合して高分子量のオルガノポリシロキサンを得、しかる後に適当な乳化剤の存在下に水中に乳化分散することによるものである。

【0019】また、他の一つの方法は、原料として例えば上記した低分子オルガノシロキサンとラジカル反応性基またはSH基を含有するジアルコキシシラン及び/またはその加水分解物とを用い、スルホン酸系界面活性剤及び/または硫酸エステル系界面活性剤の存在下に水中で乳化重合させることによるものである。

*



で表されるスルホン酸化合物や、ラウリル硫酸ソーダ、ポリオキシエチレンドデシルフェニル硫酸ソーダ等が例示される。

【0022】これらのうち、硫酸エステル塩類は乳化終了後に陽イオン交換樹脂と接触させることにより相当する酸に変わり、重合触媒として機能するようになる。乳化重合終了後は酸型となっている界面活性剤を中和して触媒活性を消失させればよい。

【0023】また、カチオン系乳化剤としては上記の如き第4級アンモニウム塩系を主として用い、乳化重合後は塩基型となっている界面活性剤を中和して触媒活性を消失させればよい。

【0024】更に、界面活性剤に由来する皮膚等への刺激が問題となりうる場合は、重合触媒量を最低量とし、乳化剤として、より安全性の高い界面活性剤、例えばN-ラウロイルメチルタウリンナトリウム等のタウリン系界面活性剤、N-ラウロイル-L-グルタミン酸ナトリウム、N-ラウロイルサルコシナトリウム等のアシルアミノ酸系界面活性剤等を用いるのが好ましい。

【0025】なお、乳化重合後に行なう熟成の際の温度によってオルガノポリシロキサンの分子量の大きさを調整することができる。従って所期の物性に応じて熟成温度を設定すればよい。

【0026】一方、(b)成分である混合単量体は、上記の(a)成分のオルガノポリシロキサンにグラフト重合させるための重合性単量体の混合物であり、下記の(イ)～(ハ)の3成分からなるものである。

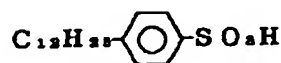
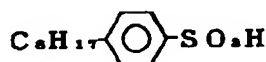
【0027】このうち、(イ)成分は一般式(II) ※50

6

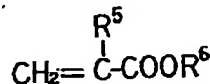
*【0020】なお、この乳化重合の場合、同様な原料を用い、アルキルトリメチルアンモニウムクロライドあるいはアルキルベンジルアンモニウムクロライドの如きカチオン系界面活性剤により水中に乳化分散させた後、適量の水酸化カリウム、水酸化ナトリウム等の強アルカリ性物質を添加して重合させることもできる。

【0021】上記したスルホン酸系界面活性剤及び硫酸エステル系界面活性剤は乳化剤と重合触媒を兼ねるものであり、その例としては次の式

【化5】



※【化6】



(式中、R⁵は水素またはメチル基、R⁶は炭素数1～18のアルキル基もしくはアルコキシ置換アルキル基)で表される(メタ)アクリル単量体(ここで「(メタ)アクリル」なる語はアクリル及びメタクリルの両者をまとめて表すものである;以下同様)であり、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、プロピル(メタ)アクリレート、ブチル(メタ)アクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、ペンチル(メタ)アクリレート、ヘキシル(メタ)アクリレート、オクチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、ステアリル(メタ)アクリレート等のアルキル(メタ)アクリレート及びメトキシエチル(メタ)アクリレート、ブトキシエチル(メタ)アクリレート等のアルコシアルキル(メタ)アクリレートが例示され、これらの1種または2種以上を組み合わせて使用される。

【0028】この(イ)成分の配合量が(b)成分中70重量%未満ではアクリルの特性、特に皮膜形成性、皮膜強度、耐汗性、耐油性及び皮膚との密着性等の性能の付与が不充分である。

【0029】また、(ロ)成分は多官能性単量体であり、エチレン性不飽和アミド、エチレン性不飽和アミドのアルキロールまたはアルコシアルキル化合物として(メタ)アクリルアミド、ダイアセトン(メタ)アクリ

ルアミド、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、N-ブトキシメチル(メタ)アクリルアミド、N-メトキシメチル(メタ)アクリルアミド等、オキシラン基含有不飽和単量体としてグリシジル(メタ)アクリレート、グリシジリアルルエーテル等、ヒドロキシ基含有不飽和単量体として2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート等、カルボキシ基含有エチレン性不飽和単量体として(メタ)アクリル酸、無水マレイン酸、クロトン酸、イタコン酸等、多価アルコールと(メタ)アクリル酸との完全エステルとしてエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート等、及びアリル(メタ)アクリレート、ジビニルベンゼンが例示される。

【0030】これらの多官能性単量体は皮膚への密着性、良好なセット保持力、化粧もち等を付与する目的に使用されるものであり、使用量を増すと皮膚への密着性、セット保持力等は向上するが、反対に化粧塗膜の風合いは損なわれる。従って多官能性単量体の使用量は

(b)成分中0~10重量%であり、10重量%を超えると風合いが目立って損なわれる。

【0031】更に(ハ)成分は、その他のエチレン性不飽和単量体であり、上記(イ)、(ロ)成分だけでは発現できない風合い、耐久性等を付与するために(b)成分中0~20重量%の範囲で使用されるが、20重量%を超えるとアクリルの特性が損なわれるようになる。

【0032】このような単量体としてはスチレン、 α -メチルスチレン、アクリロニトリル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、パーサチック酸ビニルなどが例示される。

【0033】アイメークアップ化粧料により形成される皮膚に柔軟性を付与させるためには、この(b)成分のポリマー化物を柔らかくすれば良い。そして、ポリマー化物を柔らかくするためには、ポリマー化物のガラス転移点を考慮することが望ましい。

【0034】グラフト共重合体(A)調製にあたっての(a)成分と(b)成分の比率については、(a)成分が5重量部~95重量部であることが好ましい。

(a)成分が5重量部未満ではアクリル系ポリマーの欠点である粘着感が生じ、柔軟性が乏しくなり、また、95重量部を超えると皮膚の強靭さ、化粧もち等が損なわれて実用的でない。

【0035】(a)成分と(b)成分の乳化共重合は通常のラジカル開始剤を用いて、公知の乳化重合法により行えばよい。

【0036】ここで使用されるラジカル重合開始剤としては、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩、過酸化水素水、 t -ブチルヒドロパーオキシド、アゾビスアミジノプロパンのHCl塩等の水溶性タイ

ア、ベンゾイルパーオキシド、キュメンヒドロパーオキシド、ジブチルパーオキシド、ジイソプロピルパーオキシジカーボネート、クミルパーオキシネオデカノエート、アゾビスイソプロピロニトリル等の油溶性タイプがあげられる。必要に応じ、酸性亜硫酸ナトリウム、ロンガリット、L-アスコルビン酸、糖類、アミン類などの還元剤を併用したレドックス系も使用することができる。

【0037】乳化剤としては(a)成分の乳化物中に乳化剤が含有されているので必ずしも新たに使用しなくてもよいが、重合中の凝塊発生防止やエマルションの安定性向上のため、必要量の乳化剤を添加しても良い。ここで使用される乳化剤としては、例えばアルキルまたはアルキルアリル硫酸塩もしくはスルホン酸塩、アルキルアリルコハク酸塩、及びタウリン系、アシルアミノ酸系などのアニオン性乳化剤、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド、アルキルベンジルアンモニウムクロライド等のカチオン性乳化剤、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンカルボン酸エステル等のノニオン性乳化剤等が好適である。

【0038】また、本発明の(B)成分であるアルカリ増粘型ポリメタクリル酸系ポリマーエマルションは、メタクリル酸またはこれを主体とするモノマーを乳化重合によって、重合もしくは共重合したものであって、メタクリル酸エステル、アクリル酸エステル、多官能の架橋性モノマー等を適宜含有するものである。

【0039】このものはアルカリ性にすることで増粘し、同時に顔料分散能、乳化能を発揮するものである。具体的には、日本アクリル化学社製アライマルASE-60、ローム&ハース社製ロハギッドSD-15等が挙げられる。

【0040】本発明のアイメークアップ化粧料における成分(A)の配合量は、全組成中6~60重量%の範囲、また、成分(B)の配合量は、0.1~2.5重量%の範囲であり、この範囲において目的とする効果が得られるものである。

【0041】また、本発明アイメークアップ化粧料には、成分(B)を増粘させかつ化粧料のpHを調整する為にアルカリ剤が用いられる。このアルカリ剤としては、特に制限されるものではなく、化粧料に許容されるものであれば、何れも使用でき、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の無機アルカリ剤、L-アルギニン等の塩基性アミノ酸、トリエタノールアミン等のアミン類、アンモニア等が挙げられる。

【0042】本発明アイメークアップ化粧料は、上記必須成分の他、通常用いられる顔料、粉体、油剤、水溶性高分子、紫外線吸収剤、防腐剤、他の合成樹脂エマルション、保湿剤、香料、界面活性剤、酸化防止剤、美容成分等も本発明の効果を損なわない範囲で任意に配合可能

である。

【0043】本発明のアイメークアップ化粧料は、上記の如き構成からなるものであり、油分を含まない顔料分散タイプのものや、乳化系と組み合わせたタイプのものも含まれる。

【0044】

【実施例】次に実施例を挙げ、本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例になんら制約されるものではない。なお、例中の部はすべて重量部を、%はすべて重量%を表わす。

【0045】参考例 1

(1) オクタメチルシクロテトラシロキサン 1500部、環状メタクリロキシプロピルメチルポリシロキサン 3.8部及び純水 1500部を混合し、これにN-ラウロイルメチルタウリンナトリウム 15部、ドデシルベンゼンスルホン酸 10部を添加してから、ホモミキサーで攪拌して乳化したのち、圧力3,000psiのホモジナイザーに2回通して安定なエマルションを作った。

【0046】ついでこれを70℃で12時間加熱後、25℃まで冷却して24時間熟成した後、炭酸ナトリウムを用いてこのエマルションのpHを7に調整し、4時間窒素ガスを吹きこんでから、水蒸気蒸溜して揮発性のシロキサンを留去し、メタクリル基を0.1モル%含有するポリシロキサンエマルションが得られた。(不揮発分45%)

【0047】(2) 攪拌機、コンデンサー、温度計およびアイライナー：

(処 方)	%
(1) ポリオキシエチレンセチルエーテルリン酸	0.2
(2) L-アルギニン	0.1
(3) ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル	0.3
(4) パラオキシ安息香酸メチル	0.2
(5) 1,3-ブチレングリコール	9.5
(6) 精製水	30.0
(7) 黒酸化鉄	10.0

【0052】

(8) 球状ナイロン粉末	3.5
(9) マイカ	0.5
(10) 無水ケイ酸	4.0
(11) アルカリ増粘型ポリメタクリル酸系ポリマーエマルション*	1.6
(12) L-アルギニン	0.3
(13) 精製水	12.3
(14) 参考例1で得られたポリマーエマルション	27.5

* 日本アクリル化学社製 プライマルASE-60

【0053】(製 法)

工程1 成分(1)～(6)を混合する。

工程2 成分(7)～(10)を混合粉砕する。

工程3 工程1の生成物と工程2の生成物を添加、混合※50

*び窒素ガス導入口を備えた反応器に上記(1)で得たポリシロキサンエマルション 200部と純水 95部を仕込み、窒素ガス気流下に器内温を30℃に調整した後、ト-ブチルハイドロパーオキサイド 0.25部、L-アスコルビン酸 0.13部、硫酸第一鉄7水和物 0.0005部を加えた。

【0048】次いで器内温を30℃に保ちながら、エチルアクリレート 45部、メチルメタクリレート 45部、アクリル酸 2.7部を滴下し、滴下終了後、さらに1時間攪拌を続けて反応を完結させ、グラフト共重合体エマルションを得た。(固形分47.6%、粘度140cps、pH7.00)

【0049】参考例 2

参考例1(1)で得たポリシロキサンのエマルション 210部、純水 31部、エチルアクリレート 13.5部、メチルメタクリレート 27部、アクリル酸1.2部を用い、参考例1(2)と同様な操作で固形分47.2%、粘度160cps、pH6.9のグラフト共重合体エマルションを得た。

【0050】参考例 3

参考例1(1)で得たポリシロキサンのエマルション 200部、純水 90部、イソブチルアクリレート 45部、メチルメタクリレート 45部、メタクリル酸 2.7部を用い、参考例1(2)と同様な操作で固形分47.4%、粘度85cps、pH7.1のグラフト共重合体エマルションを得た。

【0051】実施例 1

※する。

工程4 成分(11)～(14)を混合する。

工程5 工程4の生成物に、工程3の生成物を添加、混合する。

【0054】実施例 2

11

12

アイライナー:

(処 方)

%

(1) ミツロウ	5.0
(2) セチルアルコール	0.4
(3) ステアリン酸	1.0
(4) ロジン酸ペンタエリスリトール	0.5
(5) セスキオレイン酸ソルビタン	0.5
(6) モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン	0.9
(7) レシチン	0.1

【0055】

(8) 黒酸化鉄	11.0
(9) 酸化チタン	0.5
(10) カオリン	0.5
(11) 1,3-ブチレングリコール	6.5
(12) 防 腐 剤	0.2
(13) 精 製 水	残 量
(14) 無水ケイ酸	0.6
(15) アルカリ増粘型ポリメタクリル酸ポリマーエマルション*	2.0
(16) トリエタノールアミン	1.1
(17) 参考例1で得られたポリマーエマルション	12.0

** ローム&ハース社製 ロハギッドSD-15

* 工程3 工程1の生成物を80℃に加熱し、これに80℃に加熱した工程2の生成物を注入し、乳化する。

【0056】(製 法)

工程1 成分(1)～(10)を加熱し、ロールミルで混和する。

工程4 工程3の生成物を冷却後、これに成分(17)を添加する。

工程2 成分(11)～(16)を混合する。

* 【0057】実 施 例 3

マスカラ:

(処 方)

%

(1) ミツロウ	10.0
(2) ベヘニルアルコール	1.7
(3) ステアリン酸	2.0
(4) カルナウバワックス	1.5
(5) ショ糖脂肪酸エステル	1.5
(6) セスキオレイン酸ソルビタン	0.8
(7) モノオレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン	1.5

【0058】

(8) 黒酸化鉄	11.0
(9) マ イ カ	5.0
(10) プロピレングリコール	2.5
(11) 防 腐 剤	0.05
(12) 精 製 水	残 量
(13) アルカリ増粘型ポリメタクリル酸系ポリマーエマルション*	0.4
(14) L-アルギニン	1.1
(15) 参考例3で得たポリマーエマルション	50.0

+ 日本アクリル化学社製 プライマルASE-60

※和する。

【0059】(製 法)

工程2 成分(10)～(15)を混和する。

工程1 成分(1)～(9)を加熱し、ロールミルで混※50

工程3 工程1の生成物を80℃に加熱し、これに80

℃に加熱した工程2の生成物を加えて乳化させ、後冷却する。

【0060】試験例

実施例1で調製したアイライナー（本発明品）について、その化粧品としての性能およびその経時安定性を比較品と比較試験した。化粧品としての性能は、女性パネル30名が実使用し、塗布しやすさ、液ダレのなさ、塗布量調整のしやすさ、化粧もちの良さ、くずれ方の自然さおよび耐水性の6項目について官能評価を行った。

【0061】評価は、各パネルが各項目について、良い10は3点、普通は2点、悪いは1点で採点し、その平均で示した。また、経時安定性は、40℃で2ヶ月間保存後、外観、及び少量をヘラに取り、薄く伸ばして観察することにより、変化の有無を判断した。この結果を表*

(11) カルボキシビニルポリマー	0.5
(12) トリエタノールアミン	0.5
(13) 精製水	13.2

【0064】比較品4：実施例1の成分(11)～(13)を次の2成分に代える以外は実施例1と同様にして※

(11) ヒドロキシエチルセルロース	1.2
(12) 精製水	13.0

【0065】(結果)

表 1

	本発明品	比較品1	比較品2	比較品3	比較品4
塗布しやすさ	○	○	×	○	△
液ダレのなさ	○	○	×	○	△
塗布量調整のしやすさ	○	○	×	○	△
化粧もち	○	×	△	△	△
くずれ方の自然さ	○	×	△	△	△
耐水性	○	△	△	○	○
経時安定性	○	○	× ⁽¹⁾	× ⁽²⁾	× ⁽¹⁾

【0066】(注) (1)は、分離、排液が発生した。★【0067】

また、(2)は、顔料の凝集が発生した。★
(評価ランク)

評価	官能評価項目	経時安定性
○	平均評点2.5点以上	変化なし
△	■ 1.5点以上2.5点未満	—
×	■ 1.5点未満	変化あり

【0068】

【発明の効果】本発明のアイメイクアップ化粧料は、表面タック（べたつき）やひび割れ等がなく、しかも配合された顔料の分散状態が経時的に悪化することもないもの

* 1に示す。

【0062】(比較品)

比較品1：実施例1の成分(14)をポリメタクリル酸ブチルエマルジョン⁺に代える以外は実施例1と同様に製造したアイライナー。+ ローム & ハース社製 プレキシトール P-425

比較品2：実施例1の成分(11)および成分(12)を除き、このかわりに成分(13)の配合量を14.2%とする以外は実施例1と同様にして製造したアイライナー。

【0063】比較品3：実施例1の成分(11)～(13)を次の成分に代える以外は実施例1と同様にして製造したアイライナー。

☆のであった。従って、化粧効果の持続性（化粧もち）が高く、経時安定性の優れたアイメイクアップ化粧料として、アイライナー、マスカラ等に利用できるものである。